



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مشهارة استاندارد ایران

4058



روش اندازه گیری کلسیم و منیزیم در نمک طعام

چاپ اول

خرداد ماه 1376

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تنها سازمانی است در ایران که بر طبق قانون میتواند استاندارد رسمی فرآورده ها را تعیین و تدوین و اجرای آنها را با کسب موافقت شورای عالی استاندارد اجباری اعلام نماید. وظایف و هدفهای موسسه عبارتست از:

(تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی – انجام تحقیقات بمنظور تدوین استاندارد بالا بردن کیفیت کالاهای داخلی، کمک به بهبود روشهای تولید و افزایش کارایی صنایع در جهت خودکفائی کشور- ترویج استانداردهای ملی – نظارت بر اجرای استانداردهای اجباری – کنترل کیفی کالاهای صادراتی مشمول استانداردهای اجباری و جلوگیری از صدور کالاهای نامرغوب بمنظور فراهم نمودن امکانات رقابت با کالاهای مشابه خارجی و حفظ بازارهای بین المللی کنترل کیفی کالاهای وارداتی مشمول استاندارد اجباری بمنظور حمایت از مصرف کنندگان و تولیدکنندگان داخلی و جلوگیری از ورود کالاهای نامرغوب خارجی راهنمایی علمی و فنی تولیدکنندگان، توزیع کنندگان و مصرف کنندگان – مطالعه و تحقیق درباره روشهای تولید، نگهداری، بسته بندی و ترازبری کالاهای مختلف – ترویج سیستم متریک و کالیبراسیون وسایل سنجش – آزمایش و تطبیق نمونه کالاها با استانداردهای مربوط، اعلام مشخصات و اظهار نظر مقایسه ای و صدور گواهینامه های لازم).

موسسه استاندارد از اعضاء سازمان بین المللی استاندارد می باشد و لذا در اجرای وظایف خود هم از آخرین پیشرفتهای علمی و فنی و صنعتی جهان استفاده می نماید و هم شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور را مورد توجه قرار می دهد.

اجرای استانداردهای ملی ایران بنفع تمام مردم و اقتصاد کشور است و باعث افزایش صادرات و فروش داخلی و تأمین ایمنی و بهداشت مصرف کنندگان و صرفه جویی در وقت و هزینه ها و در نتیجه موجب افزایش درآمد ملی و رفاه عمومی و کاهش قیمتها می شود.

کمیسیون استاندارد اندازه‌گیری کلسیم و منیزیم در نمک طعام
(تجدید نظر)

رئیس

فرهی- فرج اله

دکترای داروسازی

دانشکده داروسازی - دانشگاه تهران

اعضاء

اژدری مقدم-

لیسانس شیمی مواد

آزمایشگاه کنترل غذا و دارو - وزارت بهداشت، درمان و آموزش

پرویز

غذایی

پزشکی کشور

شیرازی- مژگان

لیسانس شیمی

کارخانه تماد - شرکت سهامی داروپخش

کامران - نسرین

مهندس شیمی

کارخانه مواد غذایی گلها

ناهید- پروین

فوق لیسانس شیمی

مرکز تحقیقات مهندسی بیوشیمی - دانشگاه صنعتی شریف

نصیری- بنفشه

لیسانس علوم تغذیه

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

دبیر

آشتیانی- شهرزاد

لیسانس علوم تغذیه

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مطالب

اندازه‌گیری کلسیم و منیزیم در نمک طعام

هدف و دامنه کاربرد

روشهای آزمون

روش اندازه‌گیری کلسیم و منیزیم در نمک طعام با استفاده از روش وزن‌سنجی

روش اندازه‌گیری کلسیم و منیزیم در نمک عام با استفاده از روش پیچیده‌سنجی 10 با EDTA

گزارش آزمون

بسمه تعالی

پیشگفتار

استاندارد روش اندازه‌گیری کلسیم و منیزیم در نمک طعام که بوسیله کمیسیون فنی مربوطه تهیه و تدوین شده و در یکصد و نودمین کمیته ملی استاندارد کشاورزی و غذایی مورخ 75/8/19 مورد تأیید قرار گرفته، اینک با استناد بند 1 ماده 3 قانون اصلاحی قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه 1371 بعنوان استاندارد رسمی ایران منتشر می‌گردد.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع و علوم، استانداردهای ایران در مواقع لزوم مورد تجدید نظر قرار خواهند گرفت و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها برسد در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه واقع خواهد شد.

بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین چاپ و تجدیدنظر آنها استفاده نمود.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه حتی‌المقدور بین این استاندارد و استانداردهای کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

لذا با بررسی امکانات و مهارتهای موجود و اجرای آزمایشهای لازم این استاندارد با استفاده از منابع زیر تهیه گردیده است:

- 1) Association of official Analytical Chemists (A.O.A.C) - 15 th Edition - 1990.
- 2) Food Chemical Codex - 3 th Edition - 1980.
- 3) B.S:Analysis of Sodium Chloride for industrial use - 7319-part 5-1990.
- 4) The United States Pharmacopia - 1995.
- 5) British Pharmacopia - 1993.
- 6) ISO : Determination of Water - Soluble Magnesium - EDTA titrimetric method - 5399 - 1984.

اندازه‌گیری کلسیم و منیزیم در نمک طعام

1 - هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد ارائه روشهای مناسب برای اندازه‌گیری کلسیم و منیزیم در نمک طعام میباشد.

2 - روشهای آزمون

برای آزمون اندازه‌گیری کلسیم و منیزیم در نمک طعام می‌توان به یکی از دو روش شرح داده شده در این استاندارد عمل نمود.

(در گزارش باید روش مورد استفاده قید گردد)

3 - روش اندازه‌گیری کلسیم و منیزیم در نمک طعام با استفاده از روش وزن‌سنجی¹

3-1 - مواد لازم

بعنوان آب از آب مقطر یا آبی که از نظر خلوص معادل آن باشد، استفاده کنید.

3-1-1 - محلول اسید اگزالیك² ده درصد (جرمی - حجمی)

3-1-3 - محلول آمونیاك غلیظ

3-1-4 - محلول اگزالات آمونیوم يك درصد (جرمی - حجمی)

3-1-5 - محلول اسید کلریدريك ده درصد (جرمی - حجمی)

3-1-6 - محلول اسید کلریدريك (3+1)

3-1-7 - محلول اسید کلریدريك (1+1)

3-1-8 - فسفات هیدروژن دي آمونیوم³

3-1-9 - محلول آمونیاك رقیق (10+1)

3-1-10 - کاغذ صافی بدون خاکستر

3-2 - وسایل لازم

وسایل معمول آزمایشگاهی

3-3 - روش کار

3-3-1 - آماده‌سازی آزمایش :

چنانچه اندازه ذرات نمونه درشت است، آن را تا حدی آسیاب کنید که از الکی که اندازه چشمه‌های آن 841 میکرون⁴ باشد، عبور کند اما تا حد امکان روی الک با اندازه چشمه‌های 177⁵ میکرون باقی بماند. آزمون مورد نیاز را در حداقل زمان ممکن وزن کنید.

3-3-2 - تهیه محلول برای آزمون کلسیم و منیزیم

حدود 20 گرم نمونه را وزن و به يك بشر 400 میلی‌لیتری انتقال دهید و آنرا در 200 میلی‌لیتر اسید کلریدريك رقیق (3-1-6) حل کنید. روی بشر را با شیشه ساعت ببوشانید و به مدت ده دقیقه به ملایمت بجوشانید، از کاغذ صافی عبور دهید و صاف کنید باقیمانده را با مقدار کمی آب مقطر بشوئید و صاف کنید تا آخرین قطرات محلول صاف شده عاری از یون کلر گردد⁶. محلول صاف شده و آب حاصل از شستشو را در يك ظرف جمع کرده سپس خنك کنید و حجم آنرا با آب تا 500 میلی‌لیتر رقیق کنید. (محلول الف)

3-3-3 - روش اندازه‌گیری کلسیم

250 میلی‌لیتر از محلول (الف) را در يك بشر 400 میلی‌لیتری بریزید و به مقدار اضافه بر لزوم محلول اسید اگزالیك (3-1-1) به آن بیافزائید. (معمولاً 10 میلی‌لیتر کافی است) سپس چند قطره محلول شناساگر متیل اورانژ (3-1-1) -

2) بیافزائید و در حالیکه داغ است در ضمن بهم زدن قطره قطره آمونیاک بیافزائید تا خنثی شود . سپس یک میلی لیتر دیگر آمونیاک اضافه کنید و پس از مخلوط کردن آنرا به مدت سه ساعت در یک محل گرم قرار دهید . محلول شفاف رویی را توسط کاغذ صافی (3 - 1 - 10) صاف کنید و محلول صاف شده را برای تعیین مقدار منیزیم نگهداری کنید . (محلول صاف شده را از نظر وجود کلسیم با محلول آگزالات آمونیوم مورد بررسی قرار دهید) .

رسوب بشر را با 10 میلی لیتر آگزالات آمونیوم (3 - 1 - 4) بشوئید و آنرا آهسته روی محلول صاف شده قبل صاف کنید . رسوب روی کاغذ صافی را با اضافه کردن اسید کلریدریک رقیق (3 - 1 - 7) داغ در روی کاغذ صافی حل کنید و محلول حاصل را در همان بشر اولیه وارد کنید . (مقدار اسید کلریدریک باید بقدری باشد که رسوب را حل کند) و حجم آنرا با آب به حدود 100 میلی لیتر برسانید .

روی محلول مقدار بیشتری اسید آگزالیك (3 - 1 - 1) اضافه کنید و مانند دفعه قبل در مجاورت آمونیاک خنثی کنید و پس از سه ساعت رسوب آنرا جدا کنید و طبق دستور فوق با آگزالات آمونیوم (3 - 1 - 4) بشوئید و محلول شسته شده را بوسیله کاغذ صافی جدا کنید . این محلولها را به محلولهای صاف شده و شستشوی اولیه اضافه کنید و برای تعیین مقدار منیزیم نگهداری کنید .

رسوب را در یک بوته چینی وزن شده ریخته خشک کنید . سپس روی شعله بسوزانید و تا رسیدن به وزن ثابت در کوره 950 ° C حرارت دهید خاکستر بدست آمده CaO میباشد .

3-3-3-1 - روش محاسبه

درصد جرمی کلسیم در نمونه نمک طعام براساس ماده خشک طبق دستور زیر محاسبه میگردد :

$$\frac{2a \times 5 \times 100}{W \times 7} \times \frac{100}{100-H} = \frac{10^3 a}{7 W (100-H)}$$

که در آن :

a = وزن خاکستر بدست آمده به گرم

w = وزن آزمون⁷ به گرم

H = درصد رطوبت نمک بر حسب گرم , میباشد .

3-3-4 - روش اندازه گیری منیزیم

محلولهای صاف شده و شستشوی حاصل از کلسیم را چنانچه لازم باشد به آرامی در یک ارلن مایر بجوشانید و غلیظ کنید تا حجم حاصل 150 میلی لیتر گردد . سپس آنرا با اسید کلریدریک (3 - 1 - 7) اسیدی کنید . 2 تا 3 گرم فسفات هیدروژن دی آمونیوم (3 - 1 - 8) و مقدار کافی اسید کلریدریک (3 - 1 - 7) اضافه کنید تا هنگامیکه تمام فسفات هیدروژن دی آمونیوم حل شده و محلول کاملاً زلال گردد . وقتیکه محلول خنک شد در ضمن به هم زدن دائم , با محلول آمونیاک اندکی قلیایی کنید سپس 2 میلی لیتر آمونیاک دیگر به آن اضافه کنید و به هم بزنید و 12 ساعت آنرا در محلی آرام قرار دهید . محلول شفاف رویی را توسط کاغذ صافی (3 - 1 - 10) صاف کنید و رسوب را چهار بار با آمونیاک (3 - 1 - 9) بشوئید و با روش سرریز کردن⁸ جدا کنید و از روی کاغذ صافی فوق عبور دهید . سپس رسوب موجود در روی کاغذ صافی و ارلن مایر را در اسید کلریدریک (3 - 1 - 7) حل و با آب تا حجم 150 میلی لیتر رقیق کنید . سپس مقدار کمی فسفات هیدروژن دی آمونیوم اضافه کنید و مانند دفعه قبل با محلول آمونیاک (3 - 1 - 3) ته نشین کنید . پس از 12 ساعت آن را صاف کنید و رسوب را با آمونیاک (3 - 1 - 9) آنقدر بشوئید تا عاری از یون کلر گردد .

رسوب را در بوته چینی وزن شده روی شعله بسوزانید و تا رسیدن به وزن ثابت در کوره حرارت دهید . خاکستر به دست آمده پیروفسفات منیزیم⁹ می باشد .

3-3-4-1 - روش محاسبه

درصد جرمي منيزيم در نمونه بر اساس ماده خشك مطابق دستور زیر محاسبه مي‌گردد :

$$2a \times 0.21842 \times \frac{100}{W} \times \frac{100}{100-H} = \frac{43684}{W(100-H)}$$

که در آن :

a = وزن خاکستر پیروفسفات منیزیم حاصله به گرم

h = درصد رطوبت نمونه به گرم

W = وزن آزمونه به گرم

عدد ثابت 0/21842 جهت تبدیل پیروفسفات منیزیم به منیزیم می‌باشد . زیرا هر گرم خاکستر (پیرو فسفات منیزیم) دارای 0/21842 گرم منیزیم می‌باشد .

4- روش اندازه‌گیری کلسیم و منیزیم در نمك طعام با استفاده از روش پیچیده سنجي¹⁰ با EDTA

4-1-1 مواد لازم

بعنوان آب از آب مقطر یا آبی که از نظر خلوص معادل آن باشد , استفاده کنید .

4-1-1-1 اسید کلریدریک رقیق (ده درصد)

236 میلی لیتر اسید کلریدریک را با مقدار کافی آب به حجم 1000 میلی لیتر برسانید .

4-1-2-1 محلول هیدروکسید سدیم

4/0 گرم هیدروکسید سدیم را در آب حل کنید و به حجم 100 میلی لیتر برسانید .

4-1-3-1 دي سدیم اتیلن دي آمین تترا استات (EDTA)¹¹ 0/05 مولار :

18/6 گرم EDTA را در آب حل کنید و به حجم 1000 میلی لیتر برسانید . محلول فوق را مطابق روش زیر استاندارد کنید :

به دقت حدود 200 میلی گرم کربنات کلسیم خالص آزمایشگاهی را به يك بشر 400 میلی لیتری انتقال دهید ده میلی لیتر آب اضافه کنید و به هم بزنید تا کاملاً در آب باز شود . بشر را با شیشه ساعت بپوشانید و با يك پی پت 2 میلی لیتر اسید کلریدریک (4-1-1) از بین نك بشر و لبه شیشه ساعت در آن بریزید , به هم بزنید تا کربنات کلسیم حل شود کناره‌های بشر , سطح بیرونی پی‌پت و شیشه ساعت را با آب به داخل بشر بشوئید و تا حدود 100 میلی لیتر رقیق کنید . در حال بهم زدن (ترجیحاً با همزن مغناطیسی) حدود 30 میلی لیتر محلول EDTA از يك بورت 50 میلی لیتری اضافه کنید . 15 میلی لیتر هیدروکسید سدیم (4-1-2) و 300 میلی گرم شناساگر هیدروکسی نفتول بلو¹² بیافزائید و سنجش را با محلول EDTA تا رسیدن به رنگ آبی ادامه دهید . ملاریته را مطابق دستور زیر محاسبه کنید :

$$\frac{W}{100.09 V}$$

که در آن :

W = وزن کربنات کلسیم برداشته شده به میلی گرم

V = حجم محلول EDTA مصرف شده به میلی لیتر می باشد .

4 - 1 - 4 - بافر آمونیاک - کلرور آمونیوم :

67/5 گرم کلرید آمونیوم را در آب حل کنید . 570 میلی لیتر آمونیاک غلیظ به آن اضافه کنید و با آب به حجم 1000 میلی لیتر برسانید .

4 - 1 - 5 - شناساگر اریوکروم بلک T¹³ :

200 میلی گرم اریوکروم بلک T و دو گرم هیدروکسیل آمین هیدروکلراید را در متانول حل کنید و به حجم 50 میلی لیتر برسانید .

4 - 1 - 6 - شناساگر کالکون¹⁴ :

0/2 گرم کالکون را در 50 میلی لیتر متانول حل کنید .

4 - 1 - 7 - هیدروکسید پتاسیم :

100 گرم هیدروکسید پتاسیم را در آب حل کرده و به حجم 1000 میلی لیتر برسانید .

4 - 2 - وسایل لازم

وسایل معمول آزمایشگاهی

4 - 3 - روش کار

4 - 3 - 1 - آماده سازی آزمايه :

مطابق بند 3 - 3 - 1 آماده کنید .

4 - 3 - 2 - اندازه گیری مجموع کلسیم و منیزیم

20 گرم آزموئه را با دقت 0/01 گرم وزن کنید . آن را به يك بشر 250 میلی لیتری انتقال دهید . حدود 100 میلی لیتر آب مقطر و سپس 5 میلی لیتر اسید کلریدريك غلیظ به آن اضافه کنید . حرارت دهید تا به جوش آید . يك دقیقه به ملایمت بجوشانید . پس از سرد کردن , PH محلول باید اسیدی باشد . (PH معادل 2) در این مرحله چنانچه محلول اسیدی نبود حجم بیشتری اسیدکلریدريك غلیظ اضافه کنید . پس از اطمینان از اسیدی بودن و عدم کدورت , محلول فوق را به طور کمی با آب مقطر به بالن ژوژه 200 میلی لیتری انتقال دهید و به حجم برسانید .

در صورت وجود کدورت و یا رسوب در محلول اسیدی فوق , آن را توسط صافی در بالن ژوژه 200 میلی لیتری صاف کنید . باقیمانده موجود در بشر را به طور کمی به وسیله آب شستشو دهید و به داخل قیف بریزید . صافی و قیف را به دقت شستشو دهید . سپس محلول را به حجم 200 میلی لیتر برسانید . (محلول الف) به 20 میلی لیتر از محلول الف در يك ارلن مایر 250 میلی لیتری , 5 میلی لیتر بافر (4 - 1 - 4) بیافزائید و اطمینان حاصل کنید که محلول در این مرحله قلیایی و PH آن حدود 10 می باشد در غیر اینصورت می توان با افزودن مقدار بیشتری بافر , PH محلول را به 10 رسانید .

سپس 5 قطره شناساگر اریوکروم بلک T (4 - 1 - 5) اضافه کنید و با محلول EDTA 0/05 مولار تا رسیدن به رنگ آبی تیتیر کنید . مجموع مقدار کلسیم و منیزیم برای هر میلی لیتر EDTA برابر با 2/004 میلی گرم کلسیم است و هر میلی لیتر محلول EDTA که مولاریته آن برابر با

$$\frac{W}{100.09 V} \text{ با عدد برابر } \frac{2.004 W}{100.09 V \times 0.05} \text{ میلی گرم کلسیم}$$

میباشد .

4 - 3 - 3 - اندازمگیری کلسیم

به 20 میلی لیتر از محلول الف ، 20 میلی لیتر هیدروکسید پتاسیم (4 - 1 - 7) بیافزائید و اطمینان حاصل کنید که PH محلول قلیایی و معادل 12 می باشد (جهت جلوگیری از تداخل منیزیم) سپس 5 قطره شناساگر کالکون (4 - 1 - 6) بیافزائید و با 0/05 EDTA مولار تا رسیدن به رنگ آبی سنجش کنید .

هر میلی لیتر 0/05 EDTA مولار معادل 2/004 میلی گرم کلسیم می باشد .

5 - گزارش آزمون

گزارش آزمون باید روش آزمون مورد استفاده و نتیجه به دست آمده را مشخص کند . این گزارش نیز می تواند از کلیه جزئیات انجام آزمون که در این استاندارد مشخص نشده و توسط آزمایش کننده مورد استفاده قرار گرفته ، به همراه جزئیات وقایعی که احتمالاً دارای تاثیراتی روی نتیجه آزمون می باشند را در بر داشته باشد . گزارش آزمون باید حاوی تمام اطلاعات لازم برای تشخیص هویت کامل نمونه باشد .

Gravimetry-1

H₂C₂O₄. 2H₂O -2

(NH₄)₂ HPO₄ -3

4-الك 20 مش (mesh)

5-الك 80 مش

6-در يك لوله آزمایش ، مخلوط يك میلی لیتر محلول نیترات نقره تقریباً نرمال ، يك میلی لیتر محلول اسید نیتریک (1 در 10) و يك میلی لیتر محلول صاف شده نباید کدورت ایجاد کند و باید شفاف باقی بماند .

Test portion-7

8- برای شستشو با این روش ، رسوب را با حلال شوینده به هم بزنید و بگذارید ته نشین شود و حلال زلال رویی را به وسیله سرریز کردن خارج کنید : Decantation

P₂O₇Mg₂ -9

EDTA complexometric method -10

C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈. 2H₂O -11

Hydroxy naphthol blue-12

Eriochrome black T = Mordant black II-13

Calcon-14



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

4058



DETERMINATION OF CALCIUM AND MAGNESIUM IN SALT

First Edition

June 1997